

PAT-NO: JP360243279A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 60243279 A  
TITLE: FORMATION OF TRANSPARENT ELECTRODE  
PUBN-DATE: December 3, 1985

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME COUNTRY  
TANAKA, TAKAO  
YAMANASHI, FUMIAKI

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY  
ALPS ELECTRIC CO LTDN/A

NIR

APPL-NO: JP59096250  
APPL-DATE: May 14, 1984

INT-CL (IPC): C23C020/06

US-CL-CURRENT: 427/430.1, 427/542, 427/558

## ABSTRACT:

PURPOSE: To form a transparent electrode having uniform film thickness and film quality by coating a transparent electrode forming liquid contg. an organic metallic comp., an organic binder and solvent on a base plate, irradiating near infrared rays thereon after irradiating ultraviolet rays and calcining it.

CONSTITUTION: The transparent electrode forming liquid contg. an organic metallic comp. such as an unhydrolyzed organic comp. contg. In and Sn, an organic binder such as nitrocellulose and solvent such as benzyl alcohol and methyl ethyl ketone is coated on a base plate. Then, ultraviolet rays having the peak of wavelength at about 184.9~253.7nm are irradiated on the base plate at rate of about 3.5min/4mw/cm2 and the decomposition of the organic chains and the forcible oxidation are performed with the generating ozone. Thereafter near infrared rays are irradiated on the base plate and it is preferably calcined at the temp. of about 400~600°C and thereby a transparent electrode having uniform film quality and film thickness is obtained.

COPYRIGHT: (C)1985, JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 昭60-243279

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>  
C 23 C 20/06

識別記号 庁内整理番号  
7011-4K

⑭ 公開 昭和60年(1985)12月3日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 透明電極形成方法

⑯ 特 願 昭59-96250

⑰ 出 願 昭59(1984)5月14日

⑱ 発 明 者 田 中 孝 夫 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社  
内

⑲ 発 明 者 山 梨 文 明 東京都大田区雪谷大塚町1番7号 アルプス電気株式会社  
内

⑳ 出 願 人 アルプス電気株式会社 東京都大田区雪谷大塚町1番7号

#### 明 細 書

#### 1. 発明の名称

##### 透明電極形成方法

#### 2. 特許請求の範囲

有機金属化合物と有機バインダーと溶媒とを含む透明電極形成液を基板に塗布し、紫外線照射した後、近赤外線を照射して焼成することを特徴とする透明電極形成方法。

#### 3. 発明の詳細な説明

##### 「技術分野」

本発明は、ガラス等の基板に有機金属化合物を含む透明電極形成液を塗布して焼成する透明電極形成方法に関する。

##### 「従来技術およびその問題点」

ガラス、セラミックス等の基板上に形成した酸化インジウム、酸化スズ、酸化カドミウムなどからなる酸化物薄膜は透明で良好な導電性を示すことが知られており、液晶表示素子、半導体素子などの電極として使用されたり、窓ガラスなどの結露防止用電極として使用されている。

このような透明電極の形成方法として、金属酸化物を直接基板にコーティングして被膜を形成する真空蒸着法や、有機金属化合物を含む透明電極形成液を基板に塗布しこれを焼成して被膜を形成するスクリーン印刷法、ディッピング法などが知られている。しかしながら、真空蒸着法では特殊な設備を要し、バッチ式なので量産に適さない欠点がある。一方、スクリーン印刷法やディッピング法は、比較的大がかりな設備を要せず、量産に適しているが、均一な膜厚および膜質を得にくい欠点がある。

##### 「発明の目的」

本発明の目的は、透明電極形成液を基板に塗布して焼成する透明電極形成方法において、均一な膜厚および膜質を有する透明電極が得られるようにすることにある。

##### 「発明の構成」

本発明の透明電極形成方法は、有機金属化合物と有機バインダーと溶媒とを含む透明電極形成液を基板に塗布し、紫外線照射した後、近赤外線を

照射して焼成する方法である。

基板に塗布された透明電極形成液は、紫外線照射により発生したオゾン( $O_3$ )によって、有機鉛分解と強制酸化分解が行なわれる。これにより、次の焼成工程において、有機成分が燃えやすくなり、膜質を均一にすることができる。また、近赤外線を照射して焼成を行なうことにより、放射あるいは輻射方式による基板の直接加熱が可能となるので、ヒーティングレート(Heating Rate)(基板表面の温度が100℃から500℃に達するまでの時間)を短くすることができ、溶媒の揮発と有機金属の熱分解とを同時に行なうことができる。したがって、膜厚および膜質がより一層均一な透明電極を形成することができる。

本発明において使用する透明電極形成液としては、インジウムとスズとを含む非加水分解性の有機金属化合物と、有機バインダーと、溶媒とからなる組成のものが好ましい。

インジウムとスズとを含む非加水分解性の有機金属化合物としては、例えばトリシアセチルアセ

トナートインジウム  $In(acac)_3$ 、ビスアセチルアセトナートジブチルスズ  $SnBu_2(acac)_2$  などが挙げられる。この場合、スズ成分は有機金属化合物中、7.5～15重量%が適当である。そして、有機金属化合物の含有量は全組成物中3～8重量%が好ましい。

有機バインダーとしては、例えばニトロセルロース、エチルセルロース、ベンジルセルロースなどのセルロース化合物が使用できる。有機バインダーの含有量は、スクリーン印刷用のペーストの場合、全組成物中5～25重量%、ディッピング用の液の場合、全組成物中1～4重量%が適当である。

溶媒としては、スクリーン印刷用のペーストの場合は例えばベンジルアルコール、ジプロピレングリコール、ベンジルアセテートなどの高沸点溶媒が主として用いられ、ディッピング用の液の場合は例えばメチルエチルケトンなどの低沸点溶媒が主として用いられる。なお、沸点を調整するため、スクリーン印刷用のペーストの場合に微量の

低沸点溶媒を添加し、あるいはディッピング用の液の場合に微量の高沸点溶媒を添加してもよい。これらの溶媒は有機金属化合物、有機バインダーを除いた残りの主たる成分をなすようにする。

そして、上記のような透明電極形成液をスクリーン印刷やディッピングにより基板に塗布する。その際、有機金属化合物として上記のような非加水分解性のものを使用した場合には、湿度条件を特に限定する必要がなく、また、透明電極形成液の保存寿命も向上する。

次に、好ましくは184.8nmから253.7nmに波長のピークを持つ紫外線を例えば3.5分/4mV/cm<sup>2</sup>の割合で基板に照射して、発生するオゾンにより有機鉛分解と強制酸化を行ない、有機成分を燃えやすくする。これによって、膜質は均一化する。

最後に、近赤外線を基板に照射し、好ましくは400～600℃の温度で焼成を行なう。ここで近赤外線とは可視光線に近い赤外線のこと、波長0.8μmから2.5μm程度のものをさす。赤外線照射により基板は放射あるいは輻射による直接加熱が

なされ、ヒーティングレート(基板表面の温度が100℃から500℃に達するまでの時間)が短縮される。これにより、溶媒や有機バインダー成分の揮発と、有機金属化合物の熱分解とがほぼ同時に進行し、膜質および膜厚がさらに均一化される。ヒーティングレートは0.5～3分の間に調整することが好ましい。ヒーティングレートが0.5分未満ではガラス等の基板を用いた場合、基板が割れる虞れがあり、3分を超えると透明電極の膜厚が均一にする効果が乏しくなる。

なお、本発明のさらに好ましい態様によれば、近赤外線照射による焼成工程の前半を酸素の豊富な雰囲気下、例えば空気中に行ない、焼成工程の後半を酸素の乏しい雰囲気下、例えば  $N_2 : O_2 = 9:1$  の気体中に行なうようにする。この場合、 $N_2 : O_2 = 9:1$  とするには空気中に  $N_2$  が80%含まれていることから、空気：酸素=1:1の割合とすればよい。このように、焼成工程の前半と後半とで酸素の含有量を変化させることにより、有機金属の酸化をコントロールして低抵抗の透明電

極を形成することが可能となる。

#### 「発明の実施例」

トリスアセチルアセトナートインジウム87.5重量％、ビスアセチルアセトナートジブチルスズ12.5重量％からなる有機金属化合物5.5重量％、ニトロセルロース2.5重量％、ベンジルアルコール2.0重量％、メチルエチルケトン80.0重量％からなる透明電極形成液を作成した。

この液にガラス基板を浸漬して引き上げ、液をガラス基板に塗布した。

次に、紫外線を3.5分/4mW/cm<sup>2</sup>の割合で基板に照射した。

さらに、近赤外線を照射して焼成を行なった。その場合、ヒータイングレイトは2分とし、温度上昇後、前半の20分間は500℃とし、後半の15分間は温度を徐々に低下させた。このような第1図に示す。図中、Aはヒータイングレイトの時間、Bは前半の焼成の時間、Cは後半の焼成の時間である。そして、前半Bの焼成は空気中で行ない、後半Cの焼成はN<sub>2</sub> : O<sub>2</sub> = 8:1の気体中で

行なった。

こうして得られた透明電極は均一な膜質および膜厚を有し、透明度が良好であった。なお、膜厚は300 Å、シート抵抗は1KΩ/□であった。

#### 「発明の効果」

以上説明したように、本発明によれば、透明電極形成液を基板に塗布した後、紫外線を照射し、近赤外線によって焼成を行なうようにしたので、均一な膜質および膜厚を有する透明電極を形成することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例における焼成温度および時間を示す図表である。

特許出願人 アルプス電気株式会社

代表者 片岡勝



第1図

